

Verification of Translation

U.S. Patent Application: No. 10/006,790

Title of the Invention:

OPTICAL COMPENSATING FILM, POLARIZING PLATE AND A  
LIQUID CRYSTAL DISPLAY USING THE SAME

I, Kyoko HIRANO, whose full post office address is IKEUCHI· SATO &  
PARTNER PATENT ATTORNEYS, 26th Floor, OAP TOWER, 8-30,  
Tenmabashi 1-Chome, Kita-ku, Osaka-Shi, OSAKA 530-6026, JAPAN

am the translator of the documents attached and I state that the following is  
a true translation to the best of my knowledge and belief of a part of J.P.  
Application Laid-open No. 4 (1992)-283245 A.

At Osaka, Japan

DATED this March 20, 2002

Signature of the translator

---

Kyoko HIRANO

Partial English Translation of JP 4 (1992)-283245 A

Publication Date: October 8, 1992

Title of the Invention: AMORPHOUS POLYOLEFIN FILM

Application Number: JP 3 (1991)-45168

Application Date: March 11, 1991

Applicant: TORAY INDUSTRIES, INC.

Inventor: Kenji AMISHIMA et al.

Translation of claims 1 to 3 of page 2 (282)

【Claims】

【Claim 1】

An amorphous polyolefin film comprising an amorphous polyolefin polymer, wherein the surface tension is 42 dyn/cm or more.

【Claim 2】

An amorphous polyolefin film comprising an amorphous polyolefin polymer, wherein a layer comprising a polymer having sulfonate on at least one surface thereof and/or an acrylic polymer.

【Claim 3】

The amorphous polyolefin film according to claim 1 or 2, wherein the amorphous polyolefin polymer is one or more hydride selected from the group consisting of hydride of a ring-opening polymer of dicyclopentadiene, hydride of a copolymer of dicyclopentadiene and ethylene, and hydride of norbornene copolymer.

Translation of line 47 of column 8 of page 5 (385) to line 2 of column 9 of page 6 (386)

【0044】

The amorphous polyolefine film of the present invention can be obtained by carrying out a surface active treatment on an amorphous polyolefin film so that the surface tension becomes 42 dyn/cm or more, or by providing a coating layer containing a predetermined sulfonate group or including an acrylic polymer, followed by humidifying the coating layer by pressure steam at 98 to 180°C so as to dry and dehydrate.

Translation of lines 19 to 34 of column 9 of page 6 (386)

【0047】

Furthermore, in order to make the surface tension to be 42 dyn/cm or more by the surface active treatment, a corona discharging treatment, a plasma treatment, a flame treatment, an irradiation of electron beams, an irradiation of ultraviolet rays, ultrasonication, and the like, singly or in combination thereof, in any arbitrary atmospheres of air, nitrogen, carbon dioxide, helium, ozone, organic vapor, and the like. By carrying out such a surface active treatment, a polar group such as a carbonyl group, carboxylic acid, an amid group, a NH group, and the like, which were not observed on an untreated film surface, are generated. Thus, it is thought that the surface uniformity was provided due to the uniform water absorption property.

【0048】

Furthermore, it is clear that the film clearly may be subjected to extension or a thermal treatment, if necessary. Furthermore, the surface active treatment or coating treatment is frequently carried out on a cast film. However, it is clear that such a treatment may be carried out after the thermal treatment or drawing are carried out.

Translation of line 38 of column 10 of page 6 (386) to line 4 of column 12 of page 7 (387)

【0061】

Example 1

The following is an explanation of the way of forming the amorphous polyolefin polymer.

【0062】

A dehydrated and purified toluene (400 ml) and dicyclopentadiene (100 ml) were placed in an autoclave (1 litter) that had been substituted by nitrogen, then 1-hexene (0.37 mmol) and tungsten hexachloride (0.37 mmol), tetraethyllead (0.74 mmol), as molecular weight modifiers, were added therein, and polymerized at room temperature for 5 hours. After reaction, monoethanolamine (5 ml) was added, and then 2,6-ditertiary butylphenol (BHT) (1 gram), as a stabilizer, was added, followed by placing the reacted

liquid into a large amount of methanol so as to precipitate a polymer. Consequently, by drying it under vacuum condition, a soluble polymer was obtained. The yield was 62%. The glass transition point of this polymer was 129°C and the limiting viscosity measured in 25°C toluene was 0.95 dl/g. A cyclohexane solution of the soluble polymer (concentration: 5%) (400 grams) and palladium carbon (2 grams) were placed into an autoclave (1 liter) and subjected to hydrogen substitution, and thereafter it was reacted at 140°C at hydrogen pressure of 70 atm for 8 hours. A catalyst in the reactant was filtered and precipitated in the large amount of acetone-isopropyl alcohol mixture (1 : 1) while filtering and drying. When the obtained polymer (A) was subjected to a proton NMR analysis and the hydrogenolysis rate was calculated, the value was 98%. The glass transition temperature of the polymer (A) was 134°C, water absorption rate was 0.02%, and the molecular weight was about 50,000.

**[0063]**

The amorphous polyolefin polymer was dried at 120°C under vacuum condition for 4 hours so that content of the very low molecular weight volatile substance became 0.005 weight % or less. The obtained polymer was supplied to an extruder having a diameter of 90 mm and melted at 295°C and then extruded from a T-die base at the draft rate of 5, nipped between the pair of chrome plating rolls (surface roughness  $R_{max}$ : 0.1  $\mu$ ), followed by solidification by cooling. As a result, a film having a flat surface and a thickness of 400  $\mu$ m was obtained. The film was subjected to the corona discharging treatment under the atmosphere of 10 vol.% of carbon dioxide and 90 vol.% of nitrogen, and thus, the film having a surface tension of 68 dyn/cm was obtained.

**[0064]**

**(Example 2)**

The surface treatment shown in Example 1 was carried out in the air, followed by coating with a soluble coating.

**[0065]**

Acrylic polymer (A): An acrylic polymer (average molecular weight: 500,000) prepared by mixing a carboxyl group (2.5 parts by weight) and a methylol group (2.5 parts by weight) into methyl methacrylate / ethylacrylate

/ (50/50) mol% was used.

Translation of line 3 from the bottom of column 11 to line 2 from the bottom of column 12 of page 7 (387)

**【0071】**

Thus, it is found that the film of the present invention is excellent in surface uniformity and also in an optical property. It is needless to say that the film of the present invention is also excellent in easy adhesion property and can be adhered to an optical recording layer and a polarizing plate.

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平4-283245

(43) 公開日 平成4年(1992)10月8日

(51) Int.Cl. <sup>8</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 8 J 5/18	C E S	9267-4F		
B 3 2 B 27/30		A 8115-4F		
27/32		C 8115-4F		
C 0 8 G 61/08	N L G	8215-4J		
C 0 8 J 7/04	C E S	7258-4F		

審査請求 未請求 請求項の数3(全 8 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願平3-45168

(22) 出願日 平成3年(1991)3月11日

(71) 出願人 000003159

東レ株式会社

東京都中央区日本橋室町2丁目2番1号

(72) 発明者 網島 研二

滋賀県大津市園山1丁目1番1号 東レ株式会社滋賀事業場内

(72) 発明者 平岡 俊彦

滋賀県大津市園山1丁目1番1号 東レ株式会社滋賀事業場内

(72) 発明者 黒目 泰一

滋賀県大津市園山1丁目1番1号 東レ株式会社滋賀事業場内

(54) 【発明の名称】 非晶ポリオレフィンフィルム

(57) 【要約】

【目的】 高温下で長時間放置しても寸法変化が小さく、平面均一性のよい透明な非晶ポリオレフィンフィルムを提供する。

【構成】 非晶ポリオレフィンフィルムに、表面活性化処理をして表面張力42dyn/cm以上とするか、あるいは非晶ポリオレフィン重合体の少なくとも片面にスルホン酸塩を有するポリマーおよび/またはアクリル重合体からなる層を積層する。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 非晶ポリオレフィン重合体よりなり、表面張力が42 dyn/cm以上の非晶ポリオレフィンフィルム。

【請求項2】 非晶ポリオレフィン重合体よりなるフィルムであって、その少なくとも片面にスルホン酸塩を有するポリマーおよび/またはアクリル重合体からなる層を積層してなる非晶ポリオレフィンフィルム。

【請求項3】 非晶ポリオレフィン重合体が、ジシクロペンタジエンの開環重合体の水素化物、ジシクロペンタジエンとエチレンとの共重合体の水素化物およびノルボルネン重合体の水素化物から選ばれた1種以上であることを特徴とする請求項1または2の非晶ポリオレフィンフィルム。

## 【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は平面均一性にすぐれた非晶ポリオレフィンフィルムおよびシートに関するものである。

【0002】 さらに易接着性にもすぐれた非晶ポリオレフィンシートに関するものである。

【0003】

【従来の技術】 従来、非晶ポリオレフィンとしてノルボルネン系ポリマーやジシクロペンタジエンの開環重合体などで代表されるポリマーは吸水率がポリエステルなどに比べて小さいため、湿度膨張係数 $\beta$ も小さく、比較的経日でも安定した寸法安定性を有しているものと信じられていた。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】 ところが、光学的な用途に該非晶ポリオレフィンフィルムを用いたとき、経日の湿度変化によって寸法変化やベコが生じ、特に用途が光学用途である時は、光記録・読取りのエラーをまねいたり、画像が歪んだり、色むらや光干渉をおこしたり、さらには製品の平面性が失われ、ベコを生じ外観の悪いものになるなどの重大な欠点が生ずる。

【0005】 そこで本発明は、経日の湿度による寸法変化によって平面性の悪化を防止した非晶ポリオレフィンフィルムを提供することにある。

【0006】

【課題を解決するための手段】 本発明は、非晶ポリオレフィン重合体よりなるフィルムであって、その少なくとも片面にスルホン酸塩を有するポリマーおよび/またはアクリル重合体からなる層を積層してなる非晶ポリオレフィンフィルム、および表面張力が42 dyn/cm以上の非晶ポリオレフィンフィルムに関するものである。

【0007】 非晶ポリオレフィン重合体とは、一般には熱測定で結晶融点が観測されにくいものであり、本発明ではジシクロペンタジエンの開環重合体の水素化物、ジシ

2

クロペンタジエンとエチレンとの共重合体の水素化物、およびノルボルネン系重合体から選ばれた1種以上で、ガラス転移点が100℃以上、好ましくは130℃以上で、吸水率が0.1%未満のものをいう。

【0008】 ジシクロペンタジエンの開環重合体の水素化物は従来から公知の物質で、例えば特公昭58-43412号、特開昭63-218727などでよく知られている。またジシクロペンタジエンとエチレンとの共重合体は、特開昭63-314220号などで知られており、ノルボルネン系重合体はUSP2883372号、特公昭46-14910号、特開平1-149738号などに示されているようにジシクロペンタジエン類とジェノフィルとの混合物から4環体以上の多環ノルボルネン系化合物を得たもの重合体にしたものなどが知られている。もちろんジシクロペンタジエン類は、そのメチルやエチル置換体などのアルキル置換体や、エンド異性体、キキソ異性体またはこれらの混合物なども含むものである。

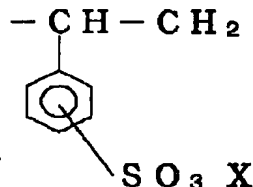
【0009】 これらの非晶ポリオレフィン重合体(A)の分子量は1万以上、好ましくは3万以上、さらに好ましくは5万以上と高い方が、機械的性質・熱的性質などが優れて好ましい。もちろん、目的によっては分子量の異なるもののブレンド体例えば5万のものと、3万のものとブレンド体であっても石油樹脂やテルペン重合体の混合体であってもよい。また、ガラス転移点は100℃、好ましくは130℃以上と高いものが経日でフィルム物性が変化せず好ましい。

【0010】 なお、該非晶ポリオレフィン重合体からなるフィルムの湿度膨張係数は5~8(10<sup>-6</sup>/％RH)と小さいにもかかわらず、高湿度下に長時間放置しておくとき部分的に湿度によって伸びた部分が生じ、いわゆるベコベコの状態となり平面均一性の悪いフィルムになってしまう。そこで該非晶ポリオレフィンフィルムの表面張力を42 dyn/cm以上、好ましくは45 dyn/cm、さらに好ましくは50 dyn/cm以上と高くしておくとき高湿度下で長時間放置しておいてもベコが生ぜず、平面均一性のよいフィルムのまま保存できる。この原因は明確ではないが、該非晶ポリオレフィンフィルムの表面が均一に水に対して濡れやすくなるためではないかと思われる。このためには、フィルムに後述の処理を行なう必要があり未処理のフィルムの表面張力は40 dyn/cm未満と低い値である。したがって本発明によって平面均一性にすぐれたフィルムとなるばかりか、接着性にすぐれたフィルム表面となり、他のフィルムや記録層、印刷層などとの接着性にもすぐれるようになる。

【0011】 また、該非晶ポリオレフィンフィルム面に特定の化合物をコーティング積層することによっても本発明の目的、すなわち、高湿度下においても平面均一性にすぐれたフィルムを得ること、さらには記録層や他のフィルムとの接着性の向上を達成させることが可能とな

3

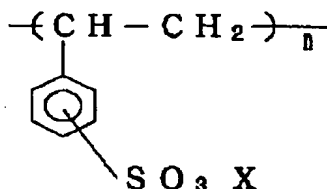
る。特に表層にコーティングする塗材の含水率はベースポリオレフィンの吸水率よりも大きく、その値としては1%以上、好ましくは5%以上の化合物、さらには親水性、水溶性の化合物などのなかから選ばれた特定の化合物でなければならない。コーティングする厚さは使用する塗材によっても異なるが、平面均一性の付与と、プロッキング防止とのかね合いから1μm以下、好ましくは\*



【0014】の形でアクリル酸、アクリル酸エステル、メタクリル酸、メタクリル酸エステル、あるいはスチレンと共重合したもの、あるいは、

【0015】

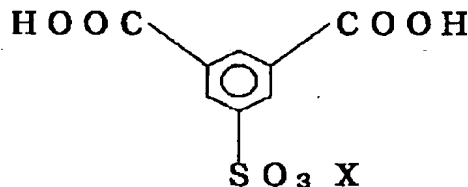
【化2】



【0016】のみからなるポリマー、

【0017】

【化3】



【0018】で代表されるエステル形成性スルホン酸アルカリ金属化合物を種々のポリエステルのジカルボン酸の一部あるいは全部として使用したポリマーなどを挙げることができる。

【0019】ただし、ここでいうXはH、Na、Li、NH<sub>4</sub>、Kなどのカチオン性イオンから選ばれたもので、その中でも本発明の場合、吸水速度の点から特にNH<sub>4</sub>、Na、Hが好ましい。

【0020】アクリル酸等との共重合体の場合は、ポリマー中のスルホン酸及び／又はその塩を有したモノマーの共重合率は、優れた平面均一性を得るには、40~100モル%が好ましい。又スルホン酸及び／又はその塩を有したモノマーからのポリマーの平均分子量は、重量平均で1000~500万、好ましくは2000~100万程度である。

【0021】エステル形成性スルホン酸アルカリ金属化合物としては、例えば、スルホテレフタル酸、5-ス

4

\* 0.5μm以下であるのがよい。

【0012】本発明でいうスルホン酸塩を有するポリマーとは、-SO<sub>3</sub>X基を有するスルホン酸及び／又はその塩を持つポリマーで、代表的なものとして、

【0013】

【化1】

ルホイソフタル酸、4-スルホフタル酸、4-スルホナフタレン-2,7-ジカルボン酸、スルホ-p-キシリレンジグリコール、2-スルホ-1,4-ビス(ヒドロキシエトキシ)ベンゼンなどのアルカリ金属塩(スルホン酸のアルカリ金属塩)およびこれらのエステル形成性誘導体が挙げられ、5-スルホイソフタル酸、スルホイソフタル酸のナトリウムおよびこれらのエステル形成性誘導体がより好ましく使用される。

【0022】エステル形成性スルホン酸アルカリ金属塩化合物を含む代表的なポリエステル共重合体としては以下の組成のものが有用である。すなわち、芳香族ジカルボン酸および／または非芳香族ジカルボン酸およびエステル形成性スルホン酸アルカリ金属塩化合物とグリコールの重縮合物があげられる。具体的には、芳香族ジカルボン酸としては、例えば、テレフタル酸、イソフタル酸、フタル酸、2,5-ジメチルテレフタル酸、2,6-ナフタレンジカルボン酸、ピフェニルジカルボン酸、1,2-ビス(フェノキシ)エタン-p,p'-ジカルボン酸およびそれらのエステル形成性誘導体があり、非芳香族ジカルボン酸には、例えば、マロン酸、コハク酸、グルタル酸、アジピン酸、セバシン酸、1,2-シクロヘキサンジカルボン酸、1,4-シクロヘキサンジカルボン酸、1,3-シクロヘキサンジカルボン酸、1,3-シクロペンタンジカルボン酸およびそれらのエステル形成性誘導体がある。これらのうちで芳香族ジカルボン酸および／またはそのエステル形成性誘導体が全ジカルボン酸成分に対し40モル%以上占めることが樹脂の耐熱性や皮膜強度、耐水性の点で好ましく、その範囲内で1種以上のジカルボン酸を併用してもよい。

【0023】次に、グリコール成分としては、炭素数2~8個の脂肪族または炭素数6~12個の脂環族グリコールであり、例えばエチレンジグリコール、1,3-プロパンジオール、1,4-ブタンジオール、1,2-プロピレンジグリコール、ネオペンチルグリコール、1,4-シクロヘキサンジメタノール、1,6-ヘキサンジオール、1,3-シクロヘキサンジメタノール、1,2-シクロヘキサンジメタノール、p-キシリレンジグリコー



5

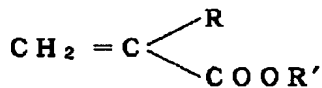
ル、ジエチレングリコール、トリエチレングリコールなどが好ましく使用される。

【0024】場合によっては、ポリエーテルを共重合させてもよい。ここでいうポリエーテルとはエーテル結合を主要結合鎖とする親水性高分子のことであり、特に好ましいのは脂肪族ポリエーテルであり、例えばポリエチレングリコール、ポリプロピレングリコール、グリセリンエーテル、ポリエチレングリコールエーテルなどが好ましく使用される。

【0025】次にアクリル重合体とは基本式、

【0026】

【化4】



【0027】〔R：水素又はメチル基、R'は炭素数1～18のアルキル基〕で示されるアルキルアクリレート、およびアルキルメタクリレート、アクリル酸、メタクリル酸、β-ヒドロキシアクリレート、β-ヒドロキシメタクリレート、β-ヒドロキシプロピルアクリレート、β-ヒドロキシプロピルメタクリレート、ポリオキシエチレングリコールモノメタクリレート、ポリエチレンポリテトラメチレンエーテルグリコールモノメタクリレート、ジメチルアミノエチルメタクリレート、ジエチルアミノエチルメタクリレート、アクリルアミド、メタクリルアミド、N-メチルメタクリルアミド、N-n-ブトキシメチルアクリルアミド、アシッドホスホオキシエチルメタクリレート、3-クロロ-2-アシッドホスホオキシプロピルメタクリレート、3-クロロ-2-ヒドロキシプロピルメタクリレート、グリシジルアクリレート、グリシジルメタクリレート、テトラヒドロフルフリルアクリレート、テトラヒドロフルフリルメタクリレート、メトキシポリエチレングリコールモノメタクリレート、3-アクリルアミド-2-メチルプロパンスルホン酸、N-メチロールアクリルアミド、N-メチロールメタクリルアミド、ポリオキシエチレングリコールジメタクリレート、1, 3-ブチレングリコールジメタクリレート、1, 6-ヘキサジオールジメタクリレート、トリメチロールプロパントリアクリレート、トリメチロールプロパントリメタクリレート、ジプロムネオペンチルグリコールジメタクリレート、テトラメチロールメタントリアクリレートなどから選ばれた1種又は2種以上の共重合体を意味する。塗膜の吸水性、透明性の点でアルキルメタクリレート／アルキルアクリレート共重合体が好ましく、例えばメチルメタクリレート／エチルアクリレートの共重合体を例示することができる。更に基材との密着性の点でカルボキシル基、あるいはメチロール基含有モノマー、アクリルアミドなどを共重合したアクリル酸エステル、メタクリル酸エステル共重合体の水分散体が好ましい。本発明においては、メチルメタクリレ

6

ートを40wt%以上80wt%以下含有するアクリル系共重合体とした場合、平面均一性、吸水速度、透明性が優れるので更に好ましい。

【0028】本発明で用いるアクリル重合体の数平均分子量は特に限定されないが、好ましくは20万～100万、更に好ましくは30万～80万であるのが塗膜の易接着性の点で望ましい。該積層ポリマーは、それを単独で表層にコーティングしたりすることも可能だが、本発明の場合、特に他のポリマー（A）と混合して使用するのが好ましい。特に非晶ポリオレフィンフィルム上にコーティングする場合、該ポリマー（A）としては水溶性あるいは水分散性のポリマー、例えばポリエステル系樹脂、アクリル系樹脂、ポリアミド系樹脂、ウレタン系樹脂、ビニル系樹脂、ブタジエン系樹脂、エポキシ系樹脂、シリコン系樹脂、あるいはそれらの混合物が好ましい。

【0029】好適であるポリウレタンの具体例としては、ポリウレタンがジカルボン酸塩基、スルホン酸塩基、硫酸半エステル塩基の少なくとも1種を有するもの、その中でもアンモニウム塩となったものを挙げることができる。

【0030】又好適であるポリエステルの具体例としては、5-スルホソジウムイソフタル酸を0.5～20モル%共重合したポリエステルや、ポリエチレングリコールやエチレンオキシド、プロピレンオキサイドを1～30モル%共重合したものを挙げるができる。その中でも酸成分としてテレフタル酸、イソフタル酸、ナフタレンジカルボン酸、ジフェニルジカルボン酸、アジピン酸の少なくとも1種を、又アルコール成分としてエチレングリコールあるいはヘキサングリコール、1, 4-ブタンジオール、ジエチレングリコール、ネオペンチルグリコール、テトラメチレングリコール、ポリエチレングリコールの少なくとも1種をもち、5重量%稀釈時の水溶液や水分散液の粘度が3～6cpsなるポリエステルを使用した場合接着性、帯電防止性のみならず複合層表面が平滑でフィルム光沢に優れるため特に好ましい。

【0031】さらに好適であるアクリル系樹脂としては、アルキルアクリレートあるいはアルキルメタクリレートを主要な成分とするものを挙げることができ、該成分30～99.9モル%と、これらと共重合可能でかつ官能基を有する接着性の向上のビニル単量体成分70～0.1モル%を含有する水溶性あるいは水分散性樹脂で数平均分子量が20万～100万の樹脂が好ましい。

【0032】アルキルアクリレートあるいはアルキルメタクリレートのアルキル基の例としては、メチル基、エチル基、n-プロピル基、イソプロピル基、n-ブチル基、イソブチル基、t-ブチル基、2-エチルヘキシル基、ラウリル基、ステアシル基、シクロヘキシル基などが挙げられる。

7

【0033】しかしその中でもメチルメタクリレートとメチルアクリレートの35/65~65/35(モル比)の共重合体の幹ポリマーとし、 $-COOH-$ 、 $-CH_2OH$ を各々1~5重量%導入した水分散性アクリルが特に好適である。

【0034】スルホン酸塩を有するポリマーおよび/またはアクリル重合体の他の全ポリマー(A)への重量混合比率の目安は、10~95%の範囲のときが本発明に好ましくなる場合が多い。これは10重量%より少ない場合、平面均一性のみならず、接着性改良効果と帯電防止性が不十分であるため好ましくなく、一方95重量%より多い場合塗膜強靱性が乏しくなるため好ましくない。特に15重量%~30重量%である場合、耐アルカリ性、接着性、塗膜強靱性と帯電防止性のバランスが良好であり好ましいのである。

【0035】塗布層の固着性(ブロッキング性)、耐熱性、耐溶剤性、機械的強度の改良のため架橋剤としてメチロール化あるいはアルキロール化した尿素系、メラミン系、アクリルアミド系、ポリアミド系などの樹脂、エポキシ化合物、アジリジン化合物、ブロックポリイソシアネート、ビニル化合物などの反応性化合物を塗布層に含有せしめてもよい。本発明の塗布層には、必要に応じて消泡剤、塗布性改良剤、増粘剤、有機系潤滑剤、無機系微粒子、酸化防止剤、紫外線吸収剤、発泡剤、染料、顔料などを含有せしめてもよい。

【0036】塗布剤のフィルムへの塗布性、接着性を改良するため、塗布前にフィルムに化学処理やコロナ放電処理などの表面活性化処理を施してもよい。

【0037】なお、スルホン酸及び/又はその塩を有するポリマーを好ましくは他のポリマー(A)と混合して、非晶ポリオレフィンフィルムに塗布し、表層にスルホン酸基を有する非晶ポリオレフィンフィルムを得ることで、本発明の目的である平面均一性のフィルムは得られるが他のバインダーとの十分な易接着性を得ることができないことが多い。すなわち、表層のスルホン酸及び/又はその塩が適度に配向しているのが好ましいのである。表層のスルホン酸及び/又はその塩が配向することにより平面均一性のみならず接着性、特にジアゾ塗料、UVインキ、ゼラチン組成物などとの接着性が大幅に向上するのである。

【0038】もちろん、スルホン酸及び/又はその塩を適度に配向させるには、任意の延伸条件では達成できず、ある特定の条件下で分子配向することにより達成できるのである。スルホン酸及び/又はその塩の配向はスルホン酸及び/又はその塩の結合している主鎖、例えばビニルポリマーなどが延伸によりベースフィルム面内に平行に膜面配向すると共に、極性の強いスルホン酸及び/又はその塩が密度高く主鎖に配位しているために、スルホン酸及び/又はその塩も面内に配向するようになる。しかもこのとき延伸させる条件を特定の条件下にしておか

8

ないとスルホン酸及び/又はその塩は面内のみならず、厚さ方向、すなわちスルホン酸及び/又はその塩はフィルム表面に垂直に配向しないのである。

【0039】本発明の効果を発現させるには、スルホン酸及び/又はその塩を含有した液を、塗布後、乾燥する過程において、塗布膜中の水を急速に脱水するのが好ましく、そのために塗剤の濃度を高くしたり、予熱時間を十分長くとったり、乾燥速度を速くするなどの方法をとるのが有効である。具体的には塗剤濃度は3~20wt%、好ましくは5~10wt%であり、乾燥温度は98~180℃、好ましくは110~150℃であるのが良い。乾燥速度は乾燥温度によって、適宜選択する必要があり、脱水に要する時間は5秒以内、好ましくは3秒以内程度が良い。

【0040】具体的には乾燥工程中を加圧水中、あるいは加圧スチーム存在下で乾燥することによって達成できる。その時の湿度としては、脱水されるフィルム表層での値として10%RH以上、好ましくは25%RH以上であることが必要である。すなわち、塗布膜中には水分は存在しないが、該塗布膜の表層のみに脱水時水分が存在することにより、スルホン酸及び/又はその塩が選択的に強く配向するのである。

【0041】次に本発明フィルムの製造方法について述べるがこれに限定されるものではない。

【0042】非晶ポリオレフィン重合体から水分、気体、溶融、揮発物、分解物などの分子量100未満の超低分子揮発物の含有量を好ましくは0.05重量%以下にしたのち溶融させ口金より溶融シートを吐出させ冷却ドラムに密着固化させてキャストシートを得る。キャスト方式は、ニップロール方式、カレンダー方式、静電印加密着方式、エアナイフ方式、エアーキャンパー方式などを用いることができ、本発明の場合、ニップロール方式、カレンダー方式が好ましい。また、ドラム材質はクロムメッキ、またはステンレスからなる表面あらさR<sub>max</sub> 0.2μ以下の表面ドラムをもちいるのがよい。またドラム表面温度は、非晶ポリオレフィン重合体の種類にもよるが、その重合体のガラス転移温度近傍がよく、105~165℃のものがよく用いられる。また、ドラフト比は20以下と小さい方が光学的に等方なフィルムとなるので好ましい。

【0043】なお、本発明のポリオレフィン重合体中に公知の任意の添加剤、例えば着色防止剤、酸化防止剤、熱安定剤、結晶核剤、帯電防止剤、接着向上剤、すべり剤、ブロッキング防止剤、耐候剤、消泡剤、透明化剤、粘度調整剤などを含有させてもよいことは明らかである。

【0044】該非晶ポリオレフィンフィルム上に表面活性化処理をして表面張力42dyn/cm以上にしたり、所定のスルホン酸基を含有した、あるいはアクリル重合体からなる塗布層を設けたのち98~180℃の加圧スチ

ームで加湿しながら乾燥脱水することにより本発明非晶ポリオレフィンフィルムが得られる。

【0045】なお、塗布層の厚みは特に限定されないが、通常は0.001~1 $\mu$ mである。好ましくは0.01~0.4 $\mu$ m、更に好ましくは0.04~0.2 $\mu$ mである場合、平面均一性、透明性、接着性、帯電防止性の点から好適である。

【0046】又必要に応じて該スルホン酸及び／又はその塩などの塗液中に無機粒子を添加してもよく、その代表例を挙げれば、平均粒径1 $\mu$ m以下、さらに好ましくは0.5 $\mu$ m以下、特に好ましくは0.2 $\mu$ m以下の、具体的にはカオリン、シリカ、シリカゾル、炭酸カルシウム、酸化チタン、バリウム塩、アルミナ、硫化モリブデン、カーボンブラック、ジルコニウム類などが挙げられるがこれらに限定されるものではない。もちろん、公知の任意の添加剤、例えば熱安定剤、すべり剤、耐候剤、着色剤、着色防止剤、ブロッキング防止剤などを含有させてもよいことは明らかである。

【0047】また表面活性化処理をして表面張力42dy n/cm以上とするには、空気、窒素、炭酸ガス、ヘリウム、オゾン、有機蒸気などの任意の雰囲気中でのコロナ放電処理、プラズマ処理、火炎処理、電子線照射、紫外線照射、超音波処理などの任意の方法を単独あるいは併用して用いることができる。このような表面活性化処理をすることにより、未処理フィルム表面では認められなかったカルボニル基、カルボン酸、アミド基、NH基、などの極性基が生成するために均一吸水性が平面均一性を付与したものと思われる。

【0048】さらに必要に応じて該フィルムを延伸や熱処理などを付加させてもよいことは明らかである。さらに、該表面活性化処理や該コーティング処理はもちろんキャストフィルムにおこなうことが多いが、熱処理や、延伸などの操作を行なったのちであってもよいことは明らかである。

【0049】また、本発明非晶ポリオレフィンフィルムの厚さは特に限定はしないが、8~3000 $\mu$ m、好ましくは50~1200 $\mu$ mのものが光学用カバーフィルムや支持体に用いられる。

【0050】

【物性の評価方法】 (1) 温度膨張係数 $\beta$

日本自動制御社製の定荷重伸び試験機(TTL2型)を用い、温度40℃、湿度90RH%の条件で1昼夜予め処理したサンプルを取りつけ、温度20℃で湿度30RH%と70RH%との間における寸法変化を求める。サンプル長は500mm、サンプル巾は1/4インチにする。

【0051】 (2) ヘイズ

JIS K6782に準じトータルヘイズを測定した。

【0052】 (3) 平面均一性

巾600mm、長さ250mのフィルムを6インチのブ

ラスチック・コアに巻きつけ、ゴム硬度で88°になるようにする。該ロール状サンプルを40℃、80RH%の雰囲気下に48時間保存し、室温にとり出しフィルムを広げたとき、フィルムの端部や中央が部分的に伸びたりして、フィルムの平面性が悪化しているものを×、全く平面性が均一で良好なものを○とする。

【0053】 (4) 吸水率

JIS K6911に準じる。

【0054】 (5) 光弾性係数

10 光弾性率は、巾10mmの試料に1kgの荷重を加えたときの複屈折の変化 $\Delta n$ を求め、 $\Delta n/S$ をもって光弾性係数とした。ここでSは試料にかかる応力である。その際、弾性微小変形時の厚み変化は無視できるものとする。

【0055】フィルム面内の複屈折の測定はナトリウムD線(589nm)を光源として直交ニコルを備えた偏光顕微鏡に試料フィルム面が光軸と垂直になるように置き、試料の複屈折によって生じた光路差 $\Gamma$ をコンペンセーターの補償値から求め、 $\Gamma/d$ をもって複屈折とした。ここでdは試料フィルムの厚さである。

【0056】

【本発明の効果】非晶ポリオレフィンフィルム表面に活性化処理や特定の樹脂をコーティングすることにより次のような優れた性質を示すのである。

【0057】 (1) 高温下に長時間放置しておいても、平面の均一性にすぐれた透明性のよい光弾性係数の小さいフィルムとなる。

【0058】 (2) 表面易接着性にすぐれるため、印刷性や他の素材、例えば光記録層、偏光板などの接着性にすぐれる。

【0059】 (3) したがって光学特性を重視するコンパクトディスク、ビデオディスク、コンピューターディスク、光カード、偏光フィルム、光テープなどの表面保護フィルムあるいは支持体としてすぐれた特性を示す。

【0060】

【実施例】以下に本発明の効果の理解を助けるために以下の実施例を示す。

【0061】実施例1

非晶ポリオレフィン重合体の作り方を述べる。

40 【0062】窒素置換した1lのオートクレーブに脱水精製したトルエン400mlとジシクロペンタジエン100mlを仕込み、これに分子量調節剤として1-ヘキセン0.37ミリモル、六塩化タングステン0.37ミリモル、テトラエチルスズ0.74ミリモルを加え室温で5時間重合した。反応終了後モノエタノールアミン5mlを加え、安定剤として2,6-ジターシャリブチルフェノール(BHT)1gを加えたのち、大量のメタノール中に反応液を投入してポリマーを沈殿させ、真空乾燥することによりトルエン可溶性のポリマーを得た。収率は62%であった。この重合体のガラス転移点は12

9℃であり、25℃のトルエン中で測定した極限粘度は0.95dl/gであった。この可溶ポリマーのシクロヘキサン溶液（濃度5%）400gとパラジウムカーボン2gとを11のオートクレープに入れ、水素置換後、かくはんをしながら140℃で8時間、水素圧を70気圧にして反応させた。反応物中の触媒を濾過し多量のアセトン-イソプロピルアルコール（1：1）混合溶媒中に沈殿させ濾過・乾燥した。得られた重合体（A）をプロトンNMR解析し、オレフィン二重結合プロトンに起因する吸収の値から水添率を計算したところ、98%であった。該重合体（A）のガラス転移点は134℃、吸水率は0.02%、分子量は約5万であった。

【0063】該非晶ポリオレフィン重合体を120℃で真空下4時間乾燥させ、超低分子揮発物の含有量を0.005重量%以下にしたのちに90mm径の押出機に供給して、295℃で溶融させたのち、Tダイロ金からドラフト比5で吐出させ、120℃に保たれてある一対のクロムメッキロール（表面あらさRmax 0.1μ）間でニップして冷却固化させ表面平滑な厚さ400μmのフィルムを得た。該フィルムを炭酸ガス10vol%、窒素90vol%の雰囲気下でコロナ放電処理して表面張力68dyn/cmのフィルムを得た。

#### 【0064】実施例2

実施例1の表面処理を空气中で行なったのち、次に示す水溶性塗剤をコーティングした。

【0065】アクリル系重合体（A）：メチルメタクリ\*

\*エート/エチルアクリレート（50/50）モル%に、官能基としてカルボキシル基、メチロール基を各2.5重量部導入したアクリル系重合体（平均分子量50万）を用いた。

【0066】スルホン化ポリスチレン及び/又はその塩（B）：SO<sub>3</sub><sup>-</sup> X<sup>-</sup> 基のX<sup>-</sup> イオンとしてNH<sub>4</sub><sup>+</sup>を有し、分子量約1万のスルホン化ポリスチレンを用いた。（A）/（B）の重量比率を80/20とし、水で6wt%に希釈し、更に無機微粒子として平均粒径0.12μmのコロイダルシリカを塗剤中の固形分に対し、重量比で0.3部添加したものを塗剤とした。

【0067】塗剤をグラビアコーターで乾燥後の塗布厚みが0.07μmになるように塗布後、生スチームで雰囲気温度を120℃に加熱および加温させてテンター内で乾燥させつづいて180℃で熱処理をし、塗布厚さ0.07μm、ベース厚さ400μmのフィルムを得た。

【0068】かくして得られた積層非晶ポリオレフィンフィルムの物性を一覧して示す。

#### 【0069】比較例1

実施例1や2で行った表面処理やコーティングを行わず非晶ポリオレフィンフィルムのための単層フィルムを製膜した。

【0070】

【表1】

	実施例1	実施例2	比較例1
平面均一性	○	○	×
湿度膨張係数 (10 <sup>-6</sup> /％RH)	4	4	5
ヘイズ (%)	1.1	0.5	2
光弾性係数 (10 <sup>-5</sup> mm <sup>2</sup> /kgf)	5	5	7

【0071】このように本発明フィルムは、平面均一性にすぐれ、しかも光学的性質にもすぐれることがわかる。もちろん、本発明フィルムは易接着性にもすぐれて

おり光記録層や偏光板とも容易に接着しうるものであった。

(8)

特開平4-283245

フロントページの続き

(51) Int. Cl. <sup>5</sup>	識別記号	弁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 8 L 33/08	L J A	7242-4 J		
101/00	L S Z	7167-4 J		
// C 0 8 L 23:00				